

HOME PATENTWEB TRADEMARKWEB WHAT'S NEW PRODUCTS & SERVICES ABOUT MICROPATENT



MicroPatent's Patent Index Database: Record 1 of 1 [Individual Record of JP10088111A]

Order This Patent

Family Member(s)

JP10088111A ☐ 19980407 FullText

Title: (ENG) COMPOSITION FOR GRINDING USE

Abstract: (ENG)

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain the subject composition comprising silicon nitride fine powder, water and fumed alumina or the like, capable of regulating the component selection ratio according to individual manufacturing process without impairing its characteristics, and useful for semiconductors, etc.

**SOLUTION:** This composition for grinding use comprises (A) silicon nitride fine powder, water, and (B) fumed alumina or fumed silica, and pref. furthermore, an acid [Pref. an organic acid such as carboxylic acid (esp. gluconic acid, lactic acid or citric acid) or inorganic acid such as hydrochloric or nitric acid]. It is preferable that the average particle size of the component A is 0.01- 10 $\mu$ m and the content of the component B is 0.0002-50,000wt.% based on the component A and  $\leq$ 50wt.% based on the whole composition.

**Application Number:** JP 24319696 A

**Application (Filing) Date:** 19960913

**Priority Data:** JP 24319696 19960913 A X;

**Inventor(s):** KODAMA KAZUSHI ; MIURA SHIRO ; OTAKE HIDEKI ; KAWAMURA ATSUNORI ; ITOU SANETOKI

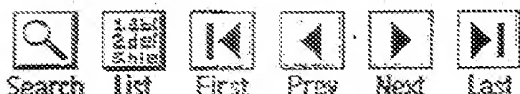
**Assignee/Applicant/Grantee:** FUJIMI INC

**Original IPC (1-7):** C09K00314; B24B03700

**Other Abstracts for Family Members:** CHEMABS127(13)180018J; DERA85 C97-374911

**Patents Citing This One (3):**

- EP0527038B1 19960717 PIONEER ELECTRONIC CORP JP  
Navigation system
- EP0527038A3 19930317 PIONEER ELECTRONIC CORPORATION NO. 4-1, MEGURO 1-  
CHOME; MEGURO-KU TOKYO-TO JP  
Navigation system
- EP0527038A2 19930210 PIONEER ELECTRONIC CORP JP  
Navigation system



Copyright © 2002, MicroPatent, LLC. The contents of this page are the property of MicroPatent LLC including without limitation all text, html, asp, javascripts and xml. All rights herein are reserved to the owner and this page cannot be reproduced without the express permission of the owner.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-88111

(43) 公開日 平成10年(1998) 4月7日

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

P I

C 0 9 K 3/14

5 5 0

C 0 9 K 3/14

5 5 0 C

5 5 0 D

5 5 0 Z

B 2 4 B 37/00

B 2 4 B 37/00

H

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号

特願平8-243196

(22) 出願日

平成8年(1996) 9月13日

(71) 出願人 000236702

株式会社フジインコーポレーテッド

愛知県西春日井郡西枇杷島町地銀2丁目1  
番地の1

(72) 発明者 児 玉 一 志

愛知県西春日井郡西枇杷島町地銀2丁目1  
番地の1 株式会社フジインコーポレー  
テッド内

(72) 発明者 三 浦 史 朗

愛知県西春日井郡西枇杷島町地銀2丁目1  
番地の1 株式会社フジインコーポレー  
テッド内

(74) 代理人 弁理士 佐藤 一雄 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨用組成物

(57) 【要約】

【課題】 長期間の貯蔵後も沈殿物の再分散性が良好であり、研磨加工面にスクラッチおよびその他の表面欠陥の発生を防止でき、フュームドアルミナまたはフュームドシリカの添加量により選択比を調節することが可能である研磨用組成物の提供。

【解決手段】 窒化ケイ素微粉末、水、およびフュームドアルミナまたはフュームドシリカを含んでなることを特徴とする、研磨用組成物。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】窒化ケイ素微粉末、水、およびフュームドアルミナまたはフュームドシリカを含んでなることを特徴とする、研磨用組成物。

【請求項2】酸をさらに含んでなる、請求項1に記載の研磨用組成物。

【請求項3】酸がカルボン酸である、請求項2に記載の研磨用組成物。

【請求項4】酸が、グルコン酸、乳酸、クエン酸、酒石酸、リンゴ酸、グリコール酸、マロン酸、ギ酸、およびシウ酸からなる群から選ばれる、請求項3に記載の研磨用組成物。

【請求項5】酸が、塩酸または硝酸である、請求項2に記載の研磨用組成物。

【請求項6】窒化ケイ素微粉末の平均粒子径が、0.01~10 $\mu$ mである、請求項1~5のいずれか1項に記載の研磨用組成物。

【請求項7】フュームドアルミナまたはフュームドシリカの含有量が、窒化ケイ素微粉末の重量を基準にして0.0002~50000重量%である、請求項1~6のいずれか1項に記載の研磨用組成物。

【請求項8】フュームドアルミナまたはフュームドシリカの含有量が、研磨用組成物の重量を基準にして50重量%以下である、請求項1~7のいずれか1項に記載の研磨用組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体、フォトマスク、各種メモリーハードディスク用基盤および合成樹脂等各種工業製品またはその部材の研磨に使用される研磨用組成物に関し、特に半導体産業等におけるデバイスウェーハの表面平坦化加工に好適な研磨用組成物に関するものである。

【0002】さらに詳しくは、本発明は、再分散性良好かつ高純度な研磨用組成物に関するもので、従来よりCMP技術（詳細後記）が適用されている層間絶縁膜およびメタル配線の研磨において高効率であり、優れた研磨表面を形成することができると同時に、素子分離およびその他の高度なデバイス形成技術に適用可能な研磨用組成物に関するものである。

## 【0003】

【従来の技術】近年のコンピューターを始めとする所謂ハイテク製品の進歩は目覚ましく、これに使用される部品、例えばVLSIは、年々高集積化・高速化の一途をたどっている。これに伴い、半導体装置のデザインルールは年々微細化が進み、デバイス製造プロセスでの焦点深度は浅くなり、パターン形成面に要求される平坦性は厳しくなっている。

【0004】また、配線の微細化による配線抵抗の増大に対処するため、デバイスの多層化による配線長の短縮

が行われているが、形成されたパターン表面の段差が多層化の障害として問題化してきている。

【0005】このような微細化および多層化を行うに当たっては、そのプロセス中で段差を取り除くための所望表面の平坦化を行うことが必要であり、この手法として、これまではスピニングガラス、レジストエッチバックおよびその他の平坦化法が用いられていた。

【0006】しかし、これらの手法では、部分的な平坦化は可能であるが、次世代のデバイスに要求されるグローバルプレナリゼーション（完全平坦化）を達成することは困難な状況であり、現在では機械的な物理的研磨と化学的研磨とを組み合わせたメカノケミカル研磨加工（Chemical Mechanical Polishing、以下「CMP」という）による平坦化が検討されるようになってきている。

【0007】一方、CMP加工技術は層間絶縁膜である二酸化ケイ素膜、配線材料であるアルミニウム、タングステンまたは銅膜およびポリシリコン膜等の平坦化や、素子分離およびその他への適用が検討されている。近年検討されている素子分離方法の一つにシャロートレンチアイソレーション法（Shallow Trench Isolation）がある。これは、シリコンに浅い溝（Shallow Trench）を形成し、その上に二酸化ケイ素膜を堆積させた後、CMP加工技術で平坦化することにより、より狭い面積で素子分離が可能となるもので、半導体デバイスの高密度化に対応する技術として注目されている。

【0008】シャロートレンチアイソレーションの実施に当たっての技術課題は、平坦化加工する面を研磨による取代の過不足なく均一に仕上げること、かつ、所定の取代で研磨を終了させることである。一般的には研磨対象である二酸化ケイ素膜の下層により硬質の窒化ケイ素膜を配し、窒化ケイ素膜をストッパーとして研磨が行われることが多い。これに際して用いられる研磨剤としては、二酸化ケイ素膜を効率良く加工することができ、一方、窒化ケイ素膜に対してはこれを研磨しない研磨剤が好適であることが理解できる。

【0009】一般的に、窒化ケイ素膜に対して二酸化ケイ素膜がどれだけ研磨され易いかを表す指標として、研磨剤により二酸化ケイ素膜が研磨される速度と、窒化ケイ素膜の研磨される速度との比である選択の研磨速度比（以下、「選択比」という）が用いられる。これは、研磨剤により二酸化ケイ素膜が研磨される速度を窒化ケイ素膜のそれと除することによって求められる。

【0010】この選択比の定義によれば、研磨剤が窒化ケイ素膜を研磨する速度は一定でも、二酸化ケイ素膜を研磨する速度が大きい程、また、二酸化ケイ素膜を研磨する速度が一定でも、窒化ケイ素膜を研磨する速度が小さい程、選択比は高くなる。勿論、窒化ケイ素膜を研磨する速度がりに近く、かつ、二酸化ケイ素膜を研磨する速度がより大きい研磨剤が要求されていることは言うま

でもない。

【0011】従って、二酸化ケイ素膜を研磨する速度が大きくても、窒化ケイ素膜を研磨する速度が大きいものは、いくら選択比が高くても必要とされない。むしろ窒化ケイ素膜は研磨を止めるストッパーであるため、二酸化ケイ素膜を研磨する速度がやや小さくても、選択比が高く、かつ窒化ケイ素膜を研磨する速度がより近いものの方が実用的である。

【0012】本発明者らは、高純度で、層間絶縁膜およびメタル配線の研磨において二酸化ケイ素膜を研磨する速度が大きく、かつ研磨面の表面状態の優れた被研磨物が得られると同時に、選択比の高い研磨用組成物として、窒化ケイ素微粉末、酸、および水を含む研磨用組成物を見出している（特開平8-12592号）。

【0013】

【発明が解決しようとする課題】しかし、この組成物は、二酸化ケイ素膜を研磨する速度が極めて大きく、選択比も高いが、実際の製造プロセスに組み込もうとした場合には、その研磨速度および選択比の調整が容易でないこともあり、改良の余地があった。また、この研磨用組成物は、貯蔵中に比較的固く沈殿した窒化ケイ素微粉末が最密充填を生じ易く、容器下部に沈殿した研磨材の固まり、すなわちケーキを形成し、そのケーキの分散が十分にできないことがあり、またそのために微粉末の細粉物や粗大粒子が生じて、被研磨面にスクラッチが生じる原因となることがあった。

【0014】一般に、二酸化ケイ素膜は約5,000～8,000オングストロームの厚さで成膜されているのに対し、一般的な研磨用組成物の二酸化ケイ素膜を研磨する速度は数千オングストローム/分である。このため、二酸化ケイ素膜を研磨する速度が大きすぎる研磨用組成物は、研磨開始後、ごく短時間で二酸化ケイ素膜を除去してしまう。窒化ケイ素膜上に二酸化ケイ素膜を堆積させたウェーハを研磨用組成物で研磨する場合には、二酸化ケイ素膜が除去された直後に的確に研磨を終了しなければ、ストッパーである窒化ケイ素膜にまで研磨が及んでしまう。ほとんどの場合、研磨用組成物の窒化ケイ素膜を研磨する速度も0ではないため、二酸化ケイ素膜が除去されてなお研磨が継続されれば、窒化ケイ素膜さえも研磨されて、傷端な場合には除去されてしまう。このことからわかるように、CMP加工技術において終点検出は非常に重要であり、終点を的確に検出可能な範囲、すなわちプロセスにあった研磨速度および選択比を有した研磨用組成物が求められていた。

【0015】二酸化ケイ素膜を研磨する速度の改良については、本発明者らが知る限り、研磨材である微粉末や添加される研磨促進剤、例えば酸、に関する検討がほとんどであり、また選択比の調整については検討の報告例がほとんどなかった。個々の製造プロセスに応じてある特定の選択比を得ようとしたとき、例えば先に述べた特

開平8-12592号に記載された方法では、窒化ケイ素微粉末、水および酸からなる研磨用組成物において、酸の量を調整することにより選択比を改良するのであるが、僅かな酸の添加量の差により、選択比が大きく変化してしまうことがあるために、その調整は必ずしも容易ではなく、安定した選択比や研磨速度を得ることが困難であった。

【0016】なお、例えば窒化ケイ素膜の上に二酸化ケイ素膜を堆積させた膜付ウェーハを研磨する場合、部分的に窒化ケイ素膜が露出した時点で二酸化ケイ素膜の研磨を終了する必要がある。この時点をも「終点」といい、この終点を見つけて出すことを「終点検出」という。終点検出の方法については種々検討が行なわれており、例えば研磨中、研磨定盤下からレーザー光をウェーハにあてて残存膜厚を測定する方法およびその他が提案されているが、どれも十分な実用域に達していないのが現状である。このため、研磨用組成物の有する研磨速度から、ある一定厚さの二酸化ケイ素膜を除去するのに必要な時間を算出し、この時間内研磨を行なうことで終点とする方法が一般的である。

【0017】一方、窒化ケイ素およびその他の研磨材を用いた研磨用組成物は、時間の経過とともにケーキ部分と、研磨材が分散した懸濁部分、および研磨材がほとんど存在しない上澄液部分に分れる。研磨用組成物の組成により異なるが、懸濁部分がない、すなわち、ケーキ部分と上澄液部分だけに分れるものもある。

【0018】研磨用組成物の再分散性とは、容器を振った際、容器下部に沈殿したケーキがいかに容易に分散するかを表すものである。従って、ケーキが容易に分散するもの程、再分散性が良いと言える。逆に、再分散性が悪いものは、研磨材の沈殿凝固が強く、粗大粒子となり、スクラッチ発生原因の一つにもなる。加えて、再分散性が悪い研磨用組成物は、一度沈殿してしまうと再分散が困難となるため、専用のスラリー分散設備、人手、および時間等を必要とするため、再分散性の良い研磨用組成物が求められていたのである。

【0019】再分散性改良剤としては、セルロース類、糖類およびその他の有機物質、高分子凝集剤、あるいは酸化物のゾル又はゲルおよびその他の無機物質が従来より広く用いられている。しかし、有機物質には腐敗および研磨速度低下等の問題があり、またこれまでの再分散性改良剤の多くは金属不純物を多く含んでいる等の問題があった。このため、CMP加工技術に用いる研磨用組成物として好適と言えないものが多かった。

【0020】本発明は前記の課題を解決するためになされたもので、CMP加工技術に用いられる研磨用組成物に従来より求められていた、大きな選択比、優れた表面状態およびその他の基本的な研磨性能や、高純度であると言った特性を損なうことなく、個々の製造プロセスに応じて選択比の調整が可能であり、かつ長期間の貯蔵に

においても沈殿物の再分散が容易であり、さらに被研磨面へのスクラッチ発生が防止可能な研磨用組成物を提供することを目的とするものである。

【0021】

【課題を解決するための手段】

【発明の概要】

＜要旨＞本発明の研磨用組成物は、窒化ケイ素微粉末、水、およびフュームドアルミナまたはフュームドシリカを含んでなることを特徴とするものである。

【0022】＜発明＞本発明の研磨用組成物は、長期間の貯蔵後も沈殿物の再分散性が良好であるために、従来、貯蔵後の沈殿ケーキの分散に必要とされていた専用の設備、人手、および時間を必要とせず、また、沈殿凝団粒子や巨大粒子が発生しにくいために研磨加工面にスクラッチおよびその他の表面欠陥の発生を防止できる。さらに本発明の研磨用組成物は、フュームドアルミナまたはフュームドシリカの添加量により選択比を調節することが可能である。

【0023】【発明の具体的説明】

＜窒化ケイ素微粉末＞本発明の研磨用組成物の成分の中で主研磨材として使用する窒化ケイ素は、例えば形態的には $\alpha$ -窒化ケイ素、 $\beta$ -窒化ケイ素、アモルファス-窒化ケイ素、およびその他であり、これらの微粉末が任意の割合で混合されたものであってもよく、特に限定されるものではない。

【0024】窒化ケイ素微粉末は、砥粒としてメカニカルな作用により被研磨面を研磨するものである。この窒化ケイ素微粉末の粒径は、BET法により測定した平均粒子径で一般に0.01~10 $\mu$ m、好ましくは0.05~3 $\mu$ m、である。平均粒子径が10 $\mu$ mを超えると、研磨された表面の表面粗さが大きかったり、スクラッチが発生したりするなどの問題があり、逆に、0.01 $\mu$ m未満であると研磨速度が極端に小さくなってしまい実用的でない。

【0025】研磨用組成物中の窒化ケイ素微粉末の含有量は、通常組成物全量に対して一般に0.1~50重量%、好ましくは1~25重量%、である。窒化ケイ素微粉末の含有量が余りに少ないと研磨速度が小さくなり、逆に余りに多いと均一分散が保てなくなり、かつ組成物粘度が過大となって取扱いが困難となることがある。

【0026】＜フュームドアルミナ/フュームドシリカ＞本発明の研磨用組成物には、フュームドアルミナまたはフュームドシリカを含んでなる。本発明というフュームドアルミナまたはフュームドシリカは、それぞれの酸化物を与える加熱分解性前駆体化合物、例えばハロゲン化合物、特に塩化物、を高温加熱分解して製造したものである。

【0027】フュームドアルミナは、例えば四塩化チタニウムと水素を空気中で燃焼させることにより製造する。その反応式を示すと、以下の通りである。

$4AlCl_3 + 6H_2 + 3O_2 \rightarrow 2Al_2O_3 + 12HCl$   
フュームドアルミナは、微細な一次粒子が数個~数十個集まった鎖構造の二次粒子を形成している。このようなフュームドアルミナとしては、例えば日本アエロジル社より、Aluminum Oxide C の商品名で市販されている。

【0028】フュームドシリカも、フュームドアルミナ同様、四塩化ジルコニウムと水素を空気中で燃焼させることにより製造する。その反応式を示すと、以下の通りである。

$SiCl_4 + 2H_2 + O_2 \rightarrow SiO_2 + 4HCl$

粒子の形状についても、フュームドアルミナ同様、微細な一次粒子が数個~数十個集まった鎖構造の二次粒子を形成している。このようなフュームドシリカとしては、例えば日本アエロジル社より、Aerosil の商品名で市販されている。

【0029】本発明に用いるフュームドアルミナまたはフュームドシリカの含有量は、窒化ケイ素微粉末の重量に対しては、一般に0.0002~50000重量%、好ましくは0.004~2500重量%、である。また、本発明に用いるフュームドアルミナまたはフュームドシリカの含有量は、研磨用組成物全量に対して、一般に0.0001~50重量%、好ましくは0.001~25重量%、である。フュームドアルミナとフュームドシリカをこの範囲内で混合して用いることもできる。これらの含有量が余りに少ないと本発明の効果が現れにくい、逆に余りに多くても、均一分散が保てなくなり、かつ組成物の粘度が過大となって取扱いが困難となりやすい。

【0030】このようなフュームドアルミナまたはフュームドシリカは本発明の研磨用組成物に添加すると、沈殿物の再分散性を改良するとともに、選択比を変化させることができる。

【0031】本発明の研磨用組成物が優れた再分散性を有することについての機理的な詳細は不明であるが、フュームドアルミナの場合を例にとれば、以下のように推察される。

【0032】フュームドアルミナの二次粒子は、数~数十nmの粒径の一次粒子が多数個集まった鎖構造を形成している。研磨用組成物中にフュームドアルミナが存在しない場合、水中に分散している窒化ケイ素微粉末は次第に沈降して最密充填が起こり、固く沈殿してしまう。この現象は、醇の存在下では特に顕著である。しかし、フュームドアルミナが存在する場合には、フュームドアルミナの鎖構造が窒化ケイ素微粉末の粒子間に入り込み、微粉末間でクッション剤の役割を果たし、このために沈殿しても最密充填が起こりにくく、窒化ケイ素微粉末の凝団および粗大化は発生しにくくなるものと考えられる。

【0033】フュームドアルミナまたはフュームドシリカの添加により、窒化ケイ素膜を研磨する速度が低下す



ることについても、機構的な詳細は不明であるが、窒化ケイ素微粉末の周りに存在する鎖構造のフュームドアルミナまたはフュームドシリカと窒化ケイ素微粉末とが反応し合った状態が研磨加工において有利に作用するものと思われる。

【0034】＜研磨用組成物＞本発明の研磨用組成物は、一般に上記の各成分、すなわち窒化ケイ素微粉末、フュームドアルミナまたはフュームドシリカ、を所望の含有率で水に混合し、分散させることにより調製する。窒化ケイ素微粉末、およびフュームドアルミナまたはフュームドシリカはこの組成物中に均一に分散して懸濁液となり、研磨用組成物が形成される。これらの微粉末を水中に分散させる方法は任意であり、例えば、翼式攪拌機で攪拌したり、超音波分散により分散させる。

【0035】本発明の研磨用組成物は、前記した本発明者らの先行発明に従って、酸をさらに含有することができ、また好ましい。使用する酸は、有機酸又は無機酸のいずれであってもよい。使用する酸の種類は本発明の効果を増進するものでなければ特に限定されないが、有機酸ではカルボン酸、就中ヒドロキソカルボン酸、が好ましく、カルボン酸のうち特にグルコン酸、乳酸、クエン酸、酒石酸、リンゴ酸、グリコール酸、マロン酸、ギ酸、およびシュウ酸が好ましい。無機酸では特に塩酸および硝酸が好ましい。必要に応じて、これらの酸を併用してもよい。

【0036】これらの酸の含有量は、酸の強さなどにより異なるが、研磨用組成物全量に対して好ましくは0.001～20重量％、さらに好ましくは0.005～10重量％、である。ある程度の量の酸を添加することにより本発明の効果が顕著にあらわれるが、逆に余りに多くても、添加効果が向上することもなく、そのため経済的でない。また、酸の添加により、この研磨用組成物のpHは7以下となるのが好ましい。各種の添加剤を添加することによりpHは変動するが、本発明の効果を発現させるためにはpHを7以下とすることが好ましい。

【0037】また、上記の研磨用組成物の調製に際しては、製品の品質保持や安定化を図る目的や、被加工物の種類、加工条件およびその他の研磨加工上の必要に応じて、各種の公知の添加剤をさらに加えてもよい。

【0038】すなわち、さらに加える添加剤の好適な例としては、(イ)二酸化ケイ素類、例えばコロイダルシリカ、およびその他、(ロ)セルロース類、例えばセルロース、カルボキシメチルセルロース、およびヒドロキシエチルセルロース、(ハ)水溶性アルコール類、例えばエタノール、プロパノール、およびエチレングリコール、(ニ)界面活性剤、例えばアルキルベンゼンスルホン酸ソーダおよびナフタリンスルホン酸のホルマリン縮合物、(ホ)有機ボリアニオン系物質、例えばリグニンスルホン鈉塩、およびポリアクリル酸塩、(ヘ)無機塩

類、例えば硫酸アンモニウム、塩化マグネシウム、酢酸カリウム、および硝酸アルミニウム、(ト)水溶性高分子(乳化剤)類、例えばポリビニルアルコール、(チ)酸化アルミニウム類、例えばアルミナゾルおよびその他、(リ)高分散性金属酸化物、例えばフュームドチタニア、フュームドジルコニアおよびその他、が挙げられる。

【0039】なお、本発明の研磨用組成物の調製をするにあたり、各添加剤の混合順序や混合方法などは特に制限されるものではない。

【0040】また、本発明の研磨用組成物は、比較的高濃度の原液として調製して貯蔵または輸送などをし、実際の研磨加工時に希釈して使用することもできる。前述の好ましい濃度範囲は、実際の研磨加工時のものとして記載したのであり、このような使用方法をとる場合、貯蔵または輸送などをされる状態においてはより高濃度の溶液となることは言うまでもない。

【0041】上述のようにして調製された本発明の研磨用組成物は、再分散性が優れており、かつ、凝固粒子によるスクラッチが発生しないことより、半導体デバイス、フォトマスク、各種メモリーハードディスク用基盤、合成樹脂およびその他の研磨に使用可能であるが、窒化ケイ素膜を研磨する速度が小さく選択比の調整も可能であることから、半導体産業におけるデバイスウエーハのCMP加工技術において好適である。

【0042】以下は、本発明の研磨用組成物を例を用いて具体的に説明するものである。なお、本発明は、その要旨を超えない限り、以下に説明する諸例の構成に限定されない。

【0043】

【発明の実施の形態】

＜研磨用組成物の内容および調製＞まず、研磨材である $\alpha$ -窒化ケイ素微粉末(平均粒子径0.12 $\mu\text{m}$ )を攪拌機を用いて水に分散させて、研磨材濃度5重量％のスラリーを調製した。次いでこのスラリーにグリコール酸1重量％添加した比較試料を調製した。この比較試料は2つに分割し、貯蔵時間を変えて評価した(比較例1および2)また、前記と同様に調製したスラリーに、フュームドアルミナ(商品名:Aluminum Oxide C, 100 $\text{m}^2/\text{g}$ 、日本アエロジル(株)製)またはフュームドシリカ(商品名:Aerosil 90, 900 $\text{m}^2/\text{g}$ 、日本アエロジル(株)製)を表1に記載した割合で添加混合して、実施例1～6の試料を調製した。

【0044】＜研磨試験＞実施例1～6および比較例1～2の試料による研磨試験を行った。被加工物としては、熱酸化法により二酸化ケイ素膜を成膜した4インチ・シリコンウエーハおよびLPCVD法により窒化ケイ素膜を成膜した8インチ・シリコンウエーハ(いずれも外径約150mm)の基盤を使用し、それぞれ二酸化ケイ素膜および窒化ケイ素膜の膜付き面を研磨した。

【0045】研磨は片面研磨機（定盤径570mm）を使用して行った。研磨機の定盤にはポリウレタン製の積層研磨ベッド（Rodell社（米国）製IC-1000/Suba400）を貼り付け、まず二酸化ケイ素膜付ウェーハを装填して1分間研磨し、次にウェーハを窒化ケイ素膜付ウェーハに取り換えて同様に1分間研磨した。

【0046】研磨条件は、加工圧力490g/cm<sup>2</sup>、定盤回転数30rpm、研磨剤供給量150cc/分、ウェーハ回転数30rpmとした。

【0047】研磨後、ウェーハを順次洗浄、乾燥した後、研磨によるウェーハの膜厚減を49点測定することにより、各試験別に研磨速度を求めた。さらに、二酸化ケイ素膜を研磨する速度を窒化ケイ素膜のそれと除することにより、選択比を求めた。スクラッチについては、研磨後、ウェーハを洗浄・乾燥し、暗室内にてスポットライトをあて、目視でスクラッチの有無を判定した。結果（表1）

＊ 結果は表1に示す通りであった。

【0048】＜再分散性試験＞実施例1～6および比較例1～2による再分散性試験を下記の条件で行った。

（1）100cc用比色管に、十分に分散させた試料を、100ccずつ各々計量する。

（2）各試料を2週間放置する。このとき、それぞれの試料について、比色管下部に固形分が沈殿してケーキとなる。このケーキが均一に分散するまで、各試料を振幅、速度、および方向を同一条件で振盪する。

（3）各々の試料について、分散するのに要した振盪回数を基に、再分散性を評価した。

【0049】また、沈殿凝固粒子については、調製したスラリーを50倍に希釈し軽く攪拌後ナイロン網にて濾過を行ない、ナイロン網上に残った残留物を観察した。結果は表1に示す通りであった。

【0050】

【表1】

例	液	高濃度	添加物	g/100g	再分散性	沈殿凝固粒子	研磨速度		選択比	目視
							回転数/min	加工時間/min		
実施例1	グリコール酸	1	フルーレン酸	5	3	無	4548	716	6.5	◎
2	グリコール酸	1	フルーレン酸	15	3	無	4368	891	5.3	◎
3	グリコール酸	1	フルーレン酸	45	3	無	3559	491	6.9	◎
4	グリコール酸	1	フルーレン酸	5	3	無	5584	750	8.3	◎
5	グリコール酸	1	フルーレン酸	15	3	無	5365	795	8.9	◎
6	グリコール酸	1	フルーレン酸	45	3	無	5877	746	7.9	◎
比較例1	---	---	---	---	1	多	3983	1806	2.3	×
2	グリコール酸	1	---	---	1	多	3977	978	14.9	×

【0051】スクラッチは、下記の基準にて評価した。

◎：スクラッチは目視確認されない。

○：スクラッチはほとんど目視確認されない

△：スクラッチはいくらか目視確認される。

×：スクラッチはかなり目視確認される。

【0052】再分散性は、下記の基準にて評価した。

1：20回以上振ってもケーキは分散しない。

2：15～20回振れば、なんとかケーキは分散する。

3：11～15回振ればケーキは分散する。

【0053】表1に示した結果から、本発明の研磨用組成物の選択比は、窒化ケイ素微粉末と水のみからなる比較例1に比べて高く、比較例1に酸を添加した比較例2よりも低くなっており、選択比調整ができることがわかる。また、本発明の研磨用組成物の再分散性は、いずれも比較例のそれよりも格段に向上しており、凝固粒子も

発生していないことがわかる。さらに、凝固粒子によるスクラッチも本発明の研磨用組成物を用いた場合には発生していないことは明らかである。

【0054】なお、上記の表1において掲載しなかったが、これらの研磨加工面を目視にて評価したところ、実施例、比較例ともに、スクラッチ以外の表面欠陥については見出されなかった。

【0055】

【発明の効果】本発明の研磨用組成物は、長期間の貯蔵後も沈殿物の再分散性が良好であり、研磨加工面にスクラッチおよびその他の表面欠陥の発生を防止でき、フュームドアルミナまたはフュームドシリカの添加量により選択比を調節することが可能であることは、【発明の概要】の項に前記したとおりである。

フロントページの続き

(72)発明者 大 竹 秀 樹

愛知県西春日井郡西枇杷島町地領2丁目1  
番地の1 株式会社フジミインコーポレー  
テッド内

(72)発明者 河 村 篤 紀

愛知県西春日井郡西枇杷島町地領二丁目1  
番地の1 株式会社フジミインコーポレー  
テッド内

(72)発明者 伊 東 真 時

愛知県西春日井郡西枇杷島町地領二丁目1  
番地の1 株式会社フジミインコーポレー  
テッド内



## MicroPatent® Family Lookup

Stage 1 Patent Family - "Complex"				Priorities and Applications			
CC	Document Number	KD	Publication Date	CC	Application or Priority Number	KD	Application or Priority Date
<input type="checkbox"/>	CN 1075541	C	20011128	CN	97101813	A	19970128
				JP	1259296	A	19960129
				JP	24319696	A	19960913
				JP	24342196	A	19960913
<input type="checkbox"/>	CN 1161999	A	19971015	CN	97101813	A	19970128
				JP	1259296	A	19960129
				JP	24319696	A	19960913
				JP	24342196	A	19960913
<input type="checkbox"/>	EP 0786504	A2	19970730	EP	97300162	A	19970113
				JP	1259296	A	19960129
				JP	24319696	A	19960913
				JP	24342196	A	19960913
<input type="checkbox"/>	EP 0786504	A3	19980520	EP	97300162	A	19970113
				JP	1259296	A	19960129
				JP	24319696	A	19960913
				JP	24342196	A	19960913
<input type="checkbox"/>	JP 10088111	A	19980407	JP	24319696	A	19960913
<input type="checkbox"/>	SG 52903	A1	19980928	SG	9700094	A	19970116
				JP	1259296	A	19960129
				JP	24319696	A	19960913
				JP	24342196	A	19960913
<input type="checkbox"/>	US 5733819	A	19980331	US	78954197	A	19970127
				JP	1259296	A	19960129
				JP	24319696	A	19960913
				JP	24342196	A	19960913
<input type="checkbox"/>	US 6027554	A	20000222	JP	1259296	A	19960129
				JP	24319696	A	19960913
				JP	24342196	A	19960913
				US	78954197	A	19970127
				US	94977697	A	19971014

8 Publications found.

Information on the left side of the table relates to publication number, kind, and date;  
information on the right  
covers the corresponding application and priority data for each publication.